



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209287

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 04 10 79

(21) (PV 6752-79)

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 01 05 83

(51) Int. Cl.³

C 07 C 121/52

//D 06 L 3/12

(C 07 C 15/46)

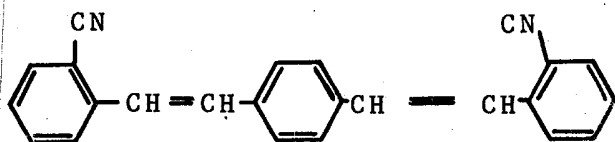
(75)

Autor vynálezu

PIRKL JAROMÍR ing. a
PODSTATA JIŘÍ, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 1,4-bis/2'-kyanstyryl/benzenu

Vynález se týká způsobu přípravy 1,4-bis/2'-kyanstyryl/benzenu vzorce



Tato látka je používána k optickému zjasňování syntetických vláken a umělých hmot. Sloučenina se dá připravit obecně používanou kondenzací 2-kyanbenzylchloridu s dimetylfosfitem podle něm. pat. č. 1 108 219. Potřebná fosfitová sloučenina se získá běžně používanou cestou, zahříváním 2-kyanbenzylchloridu s trimetyl- nebo trietylfosfitem. Další možná cesta přípravy fosfitové sloučeniny, ve výrobě však dosud nevyužívaná, spočívá v tom, že se příslušně substituovaný benzylchlorid kondenzuje se sodnou solí dialkylfosfitu v prostředí neaktivního organického rozpouštědla. Jako nejvhodnější dialkylfosfit je doporučován dibutylfosfit, jehož sodná sůl se rozpouští v organických rozpouštědlech a nejméně vhodný je dimetylfosfit, neboť jeho sodná sůl pro svou nepatrnou rozpustnost velmi špatně reaguje (Crofts, Kosolapoff: J. Am. Sox. 73, 4040/1951).

Nyní bylo nalezeno, že se látka shora uvedeného složení dá připravit jednoduchým postupem kondenzací 2-kyanbenzylchloridu s dimetylfosfitem bez použití dalšího organického rozpouštědla a bez izolace vzniklé fosfitové sloučeniny se provede reakce s tereftalaldehydem. Způsob přípravy 1,4-bis/2'-kyanstyryl/benzenu kondenzací 2-kyanbenzylchloridu s dimetylfosfitem a následující kondenzací vzniklého kyanbenzylfosfitu s tereftalaldehydem v prostředí dimetylformamidu za přidání metanolátu či etanolátu sodného nebo roztoku hydroxidu draselného v metanolu, spočívá podle vynálezu v tom, že se 2-kyanbenzylchlorid kondenzuje s ekvivalentním nebo až o 10 % zvýšeným množstvím dimetylfosfitu za přidání ekvivalentního nebo až o 10 % zvýšeného množství metanolátu či etanolátu sodného při teplotě 40 až 65 °C, vydestilují se těkavé podíly, načež se vzniklá fosfitová sloučenina přímo kondenzuje s tereftalaldehydem v množství 70 až 90 procent ekvivalentových na nasazený 2-kyanbenzylchlorid při teplotě 40 až 65 °C. Vyloučený produkt se po naředění alkoholem izoluje odsátím a po promytí etanolem a vodou se získá velmi čistý, v množství kolem 70 % teorie na použitý 2-kyanbenzylchlorid či 87 % teorie na použitý tereftalaldehyd. Při jiném poměru tereftalaldehydu v reakční směsi než je uvedeno výše, klesá výtěžek nebo vznikající pro-

dukt znehodnocující vedlejší sloučeniny.

Způsobem podle vynálezu lze vyrábět jednoduchou cestou 1,4-bis/2'-kyanstyryl/benzen kondenzací 2-kyanbenzylchloridu se snadno dostupným dimetylfosfitem, bez použití organických rozpouštědel, při další kondenzaci není třeba izolovat získaný polotovar a přesto se získá velmi čistý produkt, ihned zpracovatelný na opticky zjasňující kompozice.

Uvedené příklady dostatečně popisují průběh přípravy podle vynálezu; uváděné díly jsou hmotnostní.

Příklad 1

Do směsi 152 dílů 2-kyanbenzylchloridu a 150 dílů dimetylfosfitu se za míchání a při teplotě nepřesahující 65 °C přikape 420 dílů suspenze s obsahem 85 dílů etanolátu sodného v bezvodém etanolu. Pak se při teplotě vodní lázně vydestiluje z reakční směsi kolem 220 dílů těkavých podílů, zbytek se ochladí na 20 °C a přilije se k němu 200

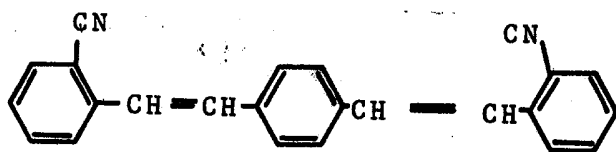
dílů dimetylformamidu. Pak se zanes 55,3 dílů tereftalaldehydu a při teplotě nepřesahující 65 °C se přikape 420 dílů suspenze obsahující 85 dílů etanolátu sodného v bezvodém etanolu. Reakční směs se po krátkém vymíchání zředí s 500 díly etanolu, krystalický produkt se odsaje, promyje do bezbarvého výtoku etanolem a vodou. Po vysušení činí výtěžek 117 dílů, teplota tání je 226 až 227 °C.

Příklad 2

Postupuje se stejně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že se namísto etanolátu sodného v první kondenzaci použije 265 dílů 30% roztoku metanolátu sodného a při druhé kondenzaci s tereftalaldehydem se použije namísto etanolátu sodného roztok 83,7 dílů hydroxidu draselného v 198 dílech metanolu. Na zředění reakční směsi a promytí produktu se namísto etanolu použije metanol. Výtěžek produktu činí 113 dílů, teplota tání je 226 až 227 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 1,4-bis/2'-kyanstyryl/benzenu vzorce



kondenzací 2-kyanbenzylchloridu s dimetylfosfitem a následující kondenzací vzniklého kyanbenzylfosfitu s tereftalaldehydem v prostředí dimetyl-

formamidu za přidání metanolátu či etanolátu sodného nebo roztoku hydroxidu draselného v metanolu, vyznačený tím, že se 2-kyanbenzylchlorid kondenzuje s kekvivalentním nebo až o 10 % zvýšeným množstvím dimetylfosfitu za přidání ekvivalentního nebo až o 10 % zvýšeného množství metanolátu či etanolátu sodného při teplotě 40 až 65 °C, vydestilují se těkavé podíly, načež se vzniklá fosfitová sloučenina přímo kondenzuje s tereftalaldehydem v množství 70 až 90 procent ekvivalentových na nasazený 2-kyanbenzylchlorid při teplotě 40 až 65 °C.